第29卷 第8期 材 料 研 究 学 报 Vol. 29 No. 8
2015 年 8 月 CHINESE JOURNAL OF MATERIALS RESEARCH August 2015

往复挤压纯镁的组织演变和力学性能*

董婷婷[1,2] 王渠东[1,2] 郭 炜[1,2] 刘鉴锋[1,2] 蒋海燕[1,2]

1. 上海交通大学轻合金精密成型国家工程研究中心 上海 200240

2. 上海交通大学金属基复合材料国家重点实验室 上海 200240

摘 要 研究了纯镁在350℃往复挤压2, 4, 8道次, 以及在250℃, 350℃, 450℃往复挤压2道次的组织和力学性能的变化规律。结果表明, 纯镁经350℃往复挤压后, 组织显著细化, 挤压道次从2增加到8时, 晶粒尺寸无明显变化, 而屈服强度下降, 延伸率提高。通过电子背散射衍射技术(EBSD)发现纯镁在350℃往复挤压2, 4, 8道次后, 形成{0001}基面与挤压方向分别约成25°, 30°, 40°夹角的织构, 且织构强度增加, 基面滑移系的Schmid因子上升。纯镁在250℃, 350℃, 450℃往复挤压2道次后, 随着挤压温度下降, 晶粒尺寸减小, 屈服强度上升, 屈服强度和晶粒尺寸之间的关系可表述为 $\sigma_s = 5.4 + 338.6d^{-\frac{1}{2}}$。

关键词 金属材料, 纯镁, 往复挤压, 微观组织, 力学性能, 织构, 晶粒尺寸

分类号 TG376 文章编号 1005-3093(2015)08-0569-07

Microstructure and Mechanical Property of Pure Magnesium Processed by Cyclic Extrusion Compression

DONG Tingting[1,2] WANG Qudong[1,2**] GUO Wei[1,2] LIU Jianfeng[1,2] JIANG Haiyan[1,2]

1. National Engineering Research Center of Light Alloy Net Forming, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China

2. State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China

*Supported by National Natural Science Foundation of China Nos. 51074106, 51374145 & 51404151, and China Postdoctoral Science Foundation No. 2014M561466.

Manuscript received October 20, 2014; in revised form December 3, 2014.

**To whom correspondence should be addressed, Tel: (021)54742715, E-mail: wangqudong @sjtu.edu.cn

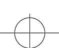
ABSTRACT Microstructure and tensile property of pure magnesium processed by cyclic extrusion-compression (CEC) at 350℃ for 2, 4 and 8 passes respectively, as well as for 2 passes at 250℃, 350℃ and 450℃ respectively are investigated. Results showed that the microstructure of pure magnesium is significantly refined and recrystallized after CEC for 2 passes at 350℃. With the increase of passes, the grain sizes of CECed pure magnesium showed no obvious differences. It was found by means of electron backscatter diffraction (EBSD) analysis that a texture with the basal plane of grains inclining 20º -40º to the extrusion direction developed during the CEC processing. With the increase of CEC passes, the maximum intensity of the texture and Schmid factor of basal slip system increased. Compare to that for 2 passes, the yield stress of pure magnesium after CEC for 8 passes at 350℃ decreases from 60 MPa to 41 MPa, and the elongation increases from 8% to 16.7%. The yield stress and grain size of the pure Mg processed by CEC for 2 passes at 250℃, 350℃and 450℃ follows the Hall-Petch relationship, which can be described as $\sigma_s = 5.4 + 338.6d^{-\frac{1}{2}}$.

KEY WORDS metallic materials, pure magnesium, cyclic extrusion compression, microstructure, mechanical property, texture, grain size

* 国家自然科学基金(51074106, 51374145，51404151), 中国博士后科学基金2014M561466, 上海市博士后科研资助计划14R21411000资助项目及上海市科学技术委员会资助项目09JC1408200。

2014年10月20日收到初稿; 2014年12月3日收到修改稿。

本文联系人: 王渠东, 教授



镁合金是工程应用中最轻的结构材料, 具有比强度高、易切削加工、资源丰富、适合环保和节能要求等优点, 在汽车、军工和电子通讯等行业的应用日益广泛。但是强度低、塑性变形能力差等缺点极大地限制了镁合金的工程应用。因此, 提高镁合金的力学性能成为研究热点。密排六方结构的镁由于室温下可动滑移系少, 晶粒尺寸对镁的强度影响显著[1]。近年来发展起来的往复挤压技术(CEC), 因其强烈的组织细化能力而得到广泛关注[2]。目前, 该工艺在提高AZ31, ZK60, GW102K等镁合金的强韧性方面取得了重要的研究进展[3-8]。

一般认为, 晶粒细化是往复挤压镁合金力学性能提高的主要原因, 同时也受到织构、第二相、晶界类型和合金元素等多种因素的影响[9]。目前对于镁合金强化方面的研究有一些新的进展, Zhou等[10]在经反复镦压后的Mg-Gd-Y-Zr发现了新的亚稳沉淀相 β_T , Jian等[11]在对Mg-Gd-Y-Ag-Zr进行热轧时发现了纳米级的层片状孪晶强化。但是这些强化方面的研究大多基于多元合金, 由于影响力学性能的因素众多, 相互作用复杂, 使得揭示往复挤压工艺的强韧化机制变得尤为困难。近年来, 纯镁在等通道挤压和高压扭转等大塑性变形后的组织和织构演变等方面的研究取得了很大进展[12-14], 但是纯镁在往复挤压变形后的组织演变方面的报道较少。本工作采用纯镁简化研究体系, 排除第二相、合金元素等因素的干扰, 考察往复挤压变形对纯镁微观组织和力学性能的影响规律, 探讨晶粒细化和织构演变对材料强度和塑性的影响机理, 以期构建往复挤压镁合金的强韧化模型。

1 实验方法

采用的工业纯镁在往复挤压前机加工成 Φ29.5 mm×42 mm的试样。往复挤压实验在315 t双缸液压机上进行, 压下速率为6 mm/s, 试样往复挤压后立即水淬。往复挤压模具如图1所示: 首先将实验材料放入上型腔中, 在上冲头(Ram A)的作用下, 材料由上型腔经过直径较小的中间型腔进入下型腔。其次, 进入下型腔的材料在下冲头(Ram B)的作用下镦粗, 恢复其原来形状, 该过程类似于镦粗变形。最后, 下冲头反向挤压, 将材料压入上型腔, 完成第一个往复挤压过程。然后上顶杆撤回下顶杆反向挤压, 进行第二个循环。当达到设定变形量时移去一方顶杆将材料挤出[5-6]。往复挤压前将模具和试样在挤压温度下保温1.5 h, 模具采用石墨机油润滑。本次实验采用的往复挤压温度为250℃、350℃、450℃, 其中, 250℃和450℃的挤压道次为2, 350℃的挤压道次为2、4、8, 累计变形量可用以下公式计算[6]:

$$\varepsilon = 2n\ln\frac{D^2}{d^2} = 4n\ln\frac{D}{d} \tag{1}$$

式中 n 为变形循环次数; D 为模腔直径; d 为紧缩区直径, 本实验中 D=30 mm, d=20 mm, 2道次、4道次和8道次的累积变形量分别为2.4, 5.7和12.2。

织构测试和拉伸实验的试样均取自往复挤压后试样的纵截面(图2)。铸态纯镁采用Epson perfection 4990扫描仪进行组织观察; 往复挤压试样经4%的硝酸酒精溶液腐蚀15−20 s后, 在Axio Observer A1金相显微镜下进行组织观察, 并通过线性截距法测得晶粒尺寸。织构测试采用SU-70和Quanta FEG 250扫描电镜上EDAX-TSL EBSD系统进行表征。拉伸实验在Zwick Z100试验机上进行, 拉伸速率为1 mm/min, 片状拉伸试样标距为10 mm×2 mm×1.5 mm。

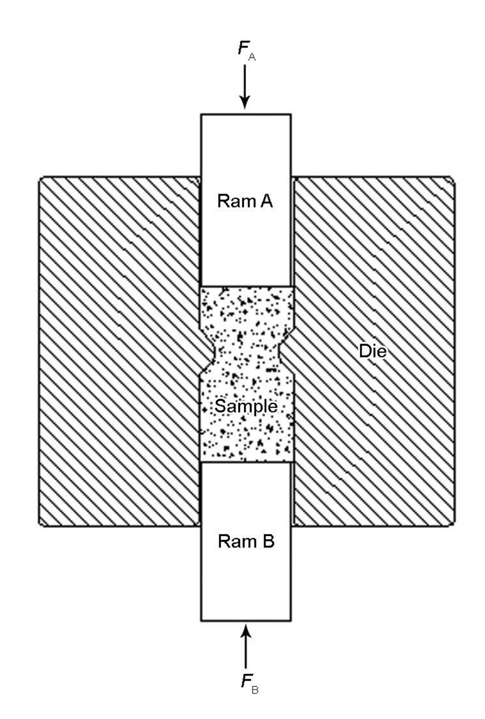


图1 往复挤压工艺示意图

Fig.1 Schematic of CEC method; F_A and F_B are the applied stress

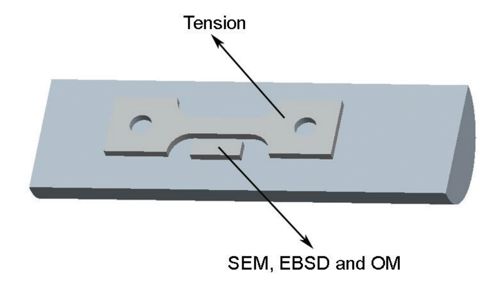


图2 取样位置示意图

Fig.2 Schematic of sample position

2 结果与讨论

2.1 显微组织

由图3可以看出，工业纯镁铸态的原始组织粗大，晶粒以约2 mm×5 mm的柱状晶为主。经过往复挤压变形后，晶粒得到显著细化，组织较为均匀，且以等轴晶为主。从图4a可以看到，纯镁经350℃往复挤压2道次后，形成了完全再结晶组织，平均晶粒尺寸约为50 μm。通过比较图4b, c发现，随着CEC道次的增加，晶粒进一步细化效果并不显著，组织无明显变化。但是，变形温度对再结晶晶粒大小有很大影响。图5是纯镁经250℃和450℃往复挤压2道次的显微组织。可以看出，250℃往复挤压2道次后晶粒较为细小，晶粒尺寸仅为15−25 μm，450℃往复挤压2道次后，晶粒粗大，平均晶粒尺寸为85 μm，且可观察到明显的孪晶。由于粗晶内位错滑移程大，晶界附近应力集中严重，在变形过程中更易于形成孪晶。

2.2 织构演变

利用EBSD分析软件给出了纯镁经350℃往复挤压后的{0001}, $\{10\bar{1}0\}$ 和 $\{10\bar{1}1\}$ 极图。从图6可见，材料出现了明显的择优取向。但是，与纯镁常规挤压后出现的典型基面织构不同[15]，往复挤压后呈现出{0001}基面与挤压方向(ED)约成20°−40°的夹角分布，可近似标定为 $\{10\bar{1}3\}<30\bar{3}2>$ 织构。随着往复挤压道次的增加，织构的最大极密度逐渐增大，并且织构对应晶粒的{0001}基面与挤压方向的夹角有小幅上升的趋势。从图6可知，当纯镁经350°往复挤压2道次时，织构对应晶粒的{0001}基面与挤压方向约成25°的夹角，最大极密度值为9.3。往复挤压4道次后，织构对应晶粒的{0001}基面与挤压方向约成30°的夹角，最大极密度值上升到11.5。往复挤压到8道次后，织构对应晶粒的{0001}基面与挤压方向的夹角进一步增大，约为40°，最大极密度值达到13.4，较2道次时的9.3高出了43%。可见在往复挤压过程中，随着变形量的增大，纯镁在外加应力的作用下晶粒不断发生转动。

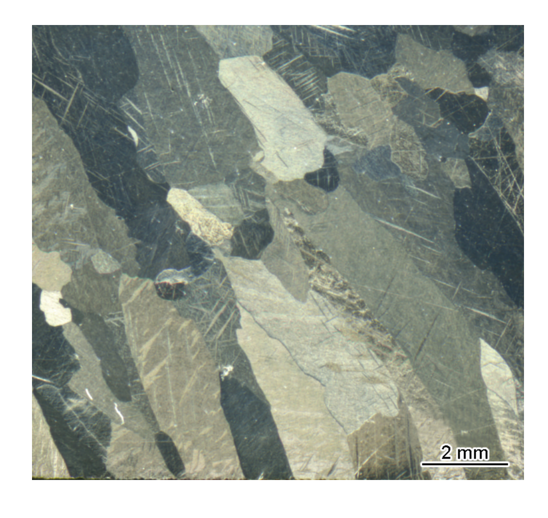


图3 纯镁铸态组织
Fig.3 Microstructure of as-cast pure magnesium

为了研究纯镁往复挤压后晶界的变化，图7给出了纯镁经350℃往复挤压2道次和8道次后晶粒位向角统计图。从图中可以看出，往复挤压2道次和8道次的位向角分布差异较小。平均位向角都在40°左右。这说明随着挤压道次的增加，对于位向角的影响较小。

2.3 力学性能

图8和9为往复挤压变形前、后纯镁室温轴向拉伸的应力-应变曲线。由图8可以看出，往复挤压后

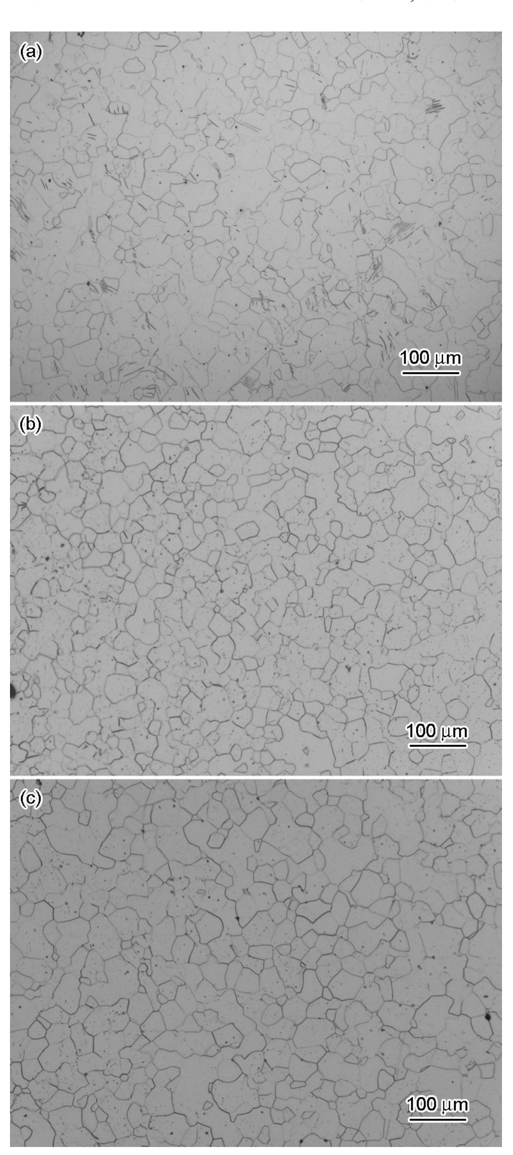


图4 纯镁在350℃往复挤压后的显微组织
Fig.4 Microstructure of 350℃ CECed pure magnesium, (a) 2 passes, (b) 4 passes, (c) 8 passes

材料的强度显著提高, 经过350℃往复挤压2道次后, 屈服强度由铸态的12 MPa提高到60 MPa。在350℃下往复挤压, 随着挤压道次的增加, 强度略有下降, 但是塑性有明显提高。经挤压8道次后, 屈服强度降为41 MPa, 延伸率由2道次时的8%提高到了16.7%。从图9可以看出, 在250℃、350℃、450℃往复挤压2道次后, 随着变形温度的降低, 屈服强度和延伸率均显著上升。250℃往复挤压2道次后, 屈服强度达到75 MPa, 延伸率为15%。这可归结为较低的变形温度抑制了晶粒长大, 细晶强化是250℃往复挤压后出现较高强度高塑性的原因。

2.4 晶粒尺寸对性能的影响

细化晶粒是提高镁及镁合金强度和塑性的重要途径[16, 17], 屈服强度σ_s和晶粒平均尺寸d的关系可用

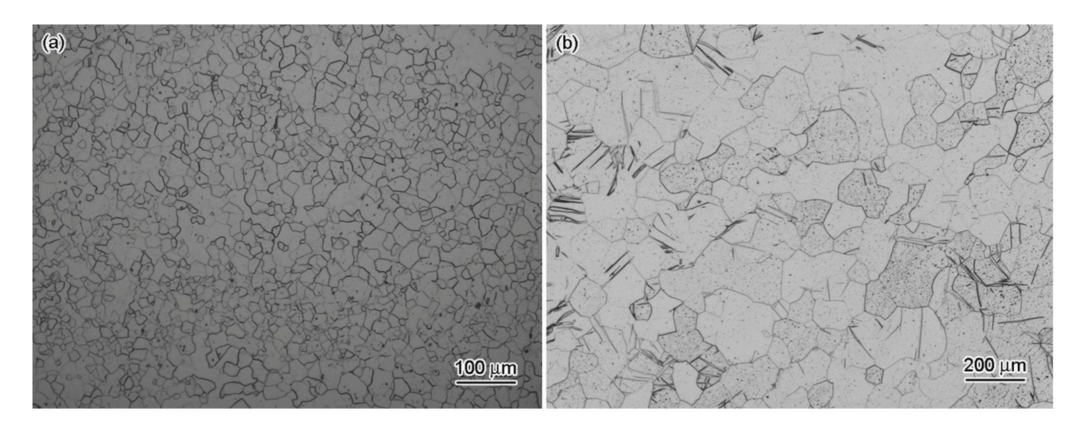


图5 纯镁往复挤压2道次显微组织

Fig.5 Microstructure of CECed 2 passes pure magnesium at 250℃ (a) and 450℃ (b)

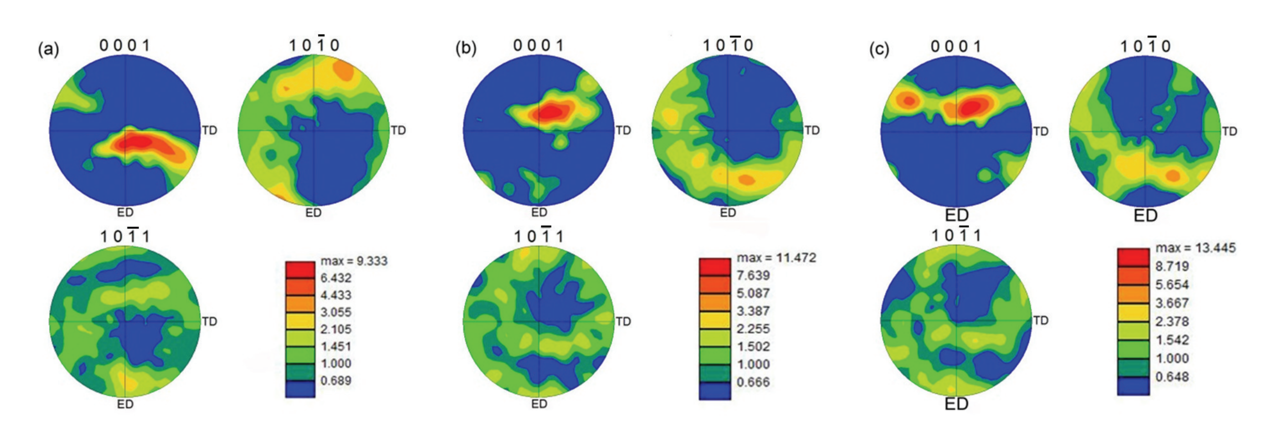
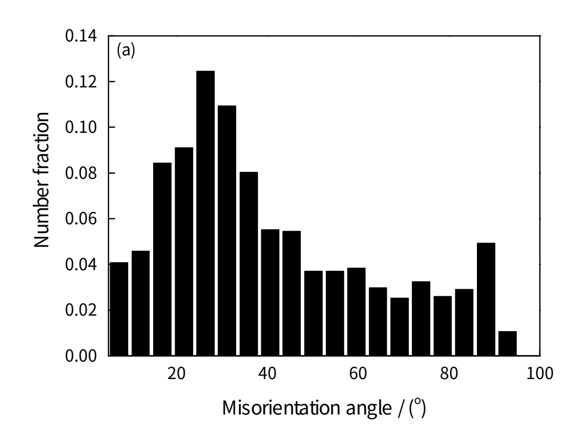


图6 纯镁经350℃往复挤压后的{0001}, {10$\bar{1}$0}和{10$\bar{1}$1}极图

Fig.6 (0001), (10$\bar{1}$0) and (10$\bar{1}$1) pole figures of pure Mg processed by CEC at 350℃ for 2 passes (a) 4 passes, (b) and 8 passes (c)



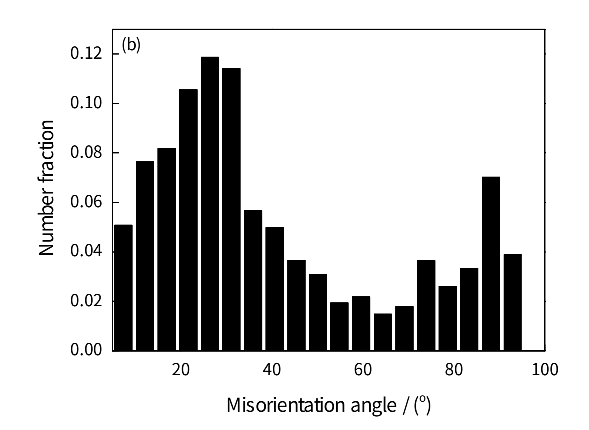


图7 纯镁经350℃往复挤压后晶粒位相角统计图

Fig.7 Misorientation map of pure magnesium after CEC processing for 2 passes (a) and 8 passes (b)

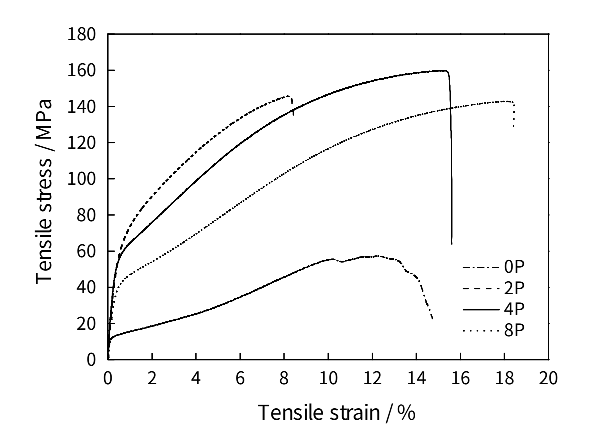


图8 纯镁350℃往复挤压后的力学性能

Fig.8 Tensile stress-strain curves of pure Mg processed by cyclic extrusion compression at 350℃

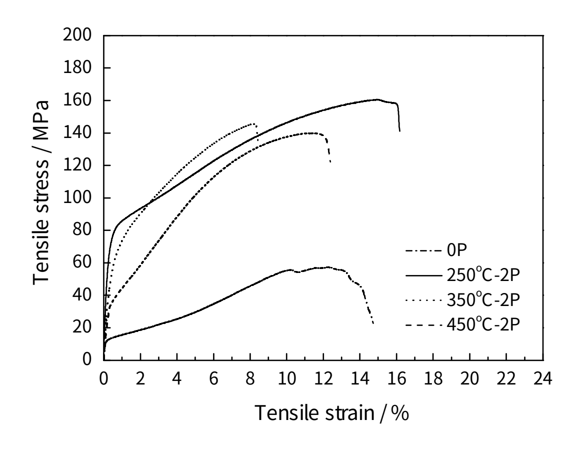


图9 纯镁在不同温度下往复挤压2道次后的力学性能

Fig.9 Tensile stress-strain curves of pure Mg processed by cyclic extrusion compression for 2 passes at three different temperatures

Hall-Petch公式[19]表示:

$$\sigma_s = \sigma_0 + Kd^{-\frac{1}{2}} \tag{2}$$

式中, σ_0 为常数, 表征单晶体的屈服强度; K为Hall-Petch常数。对于密排六方结构的镁及镁合金而言, 其K值大, 晶粒尺寸对于强度的影响远比立方结构的材料大得多[18]。但是, 在对AZ31和ZK60的往复挤压[19, 20]以及AZ61的等通道挤压[21]的研究中出现了屈服强度和晶粒尺寸呈现反Hall-Petch关系。这可能和变形后织构的软化作用有关。由于纯镁在不同温度下进行往复挤压对于织构的影响较小[20], 为了避开织构对于强度的影响, 本工作研究了纯镁在不同温度(250℃, 350℃, 450℃)下挤压2道次后屈服强度和晶粒尺寸的关系, 如图10所示。从图中可以看出, 随着晶粒尺寸的减小, 屈服强度显著上升, 屈服强度 σ_s 和晶粒平均尺寸 d之间的关系可表述为 $\sigma_s = 5.4 + 338.6d^{-\frac{1}{2}}$ 。由此可见, Hall-Petch公式对于往复挤压工艺仍然适用, 只是在某些条件下, 可能由于织构等其他因素的软化作用而导致屈服强度呈现下降趋势。从拟合结果来看, 450℃往复挤压2道次后的屈服强度相较拟合结果偏低, 可能的原因是该挤压条件下的组织存在较多孪晶(图5b), 孪晶可能成为裂纹源, 对强度产生不利影响[22]。

2.5 织构对力学性能的影响

纯镁在350℃进行不同道次的往复挤压后, 晶粒尺寸无明显变化(图4)而屈服强度下降, 延伸率显著提高(图8)。图11是350℃往复挤压纯镁的屈服强度和延伸率与织构最大极密度之间的关系。从图中可以看到, 屈服强度和最大极密度之间呈现负相关的关系, 而延伸率与其呈正相关的关系。从2.2节分析可知, 经350℃往复挤压后, 纯镁呈现{0001}基面与挤压方向偏转20°−40°的织构分布, 往复挤压2道次、4道次和8道次后, 织构对应晶粒的{0001}基面与挤压方向的夹角分别约为25°、30°和40°, 且最大极密度随着道次的增加而提高。本实验中拉伸实验的力加载方向与挤压方向平行, 根据晶体学知识,

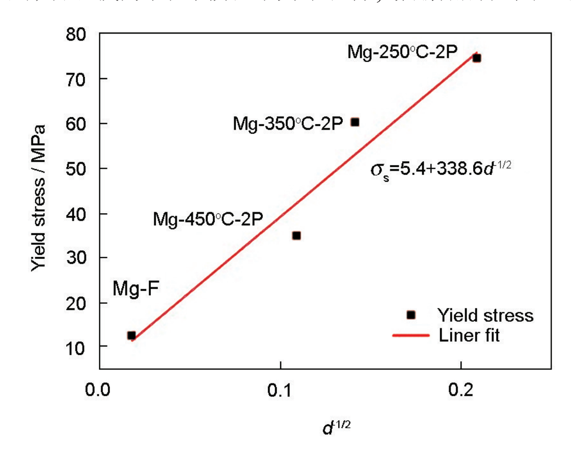


图10 纯镁往复挤压后屈服强度与晶粒尺寸的关系

Fig.10 The relationship between yield stress and grain size of CECed pure Mg

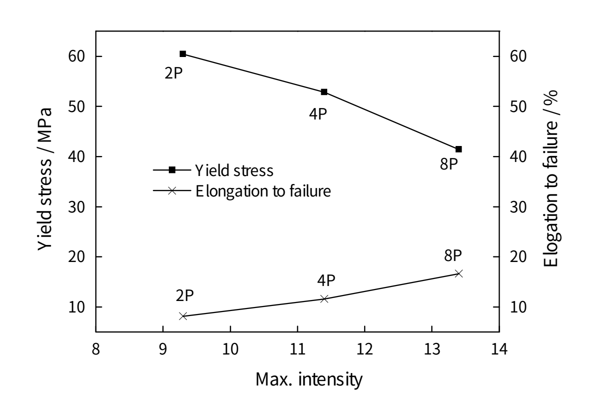


图11 350℃纯镁往复挤压后力学性能和织构的最大极密度的关系

Fig.11 The relationship between mechanical property and maximum intensity of texture on 350℃ CECed pure Mg

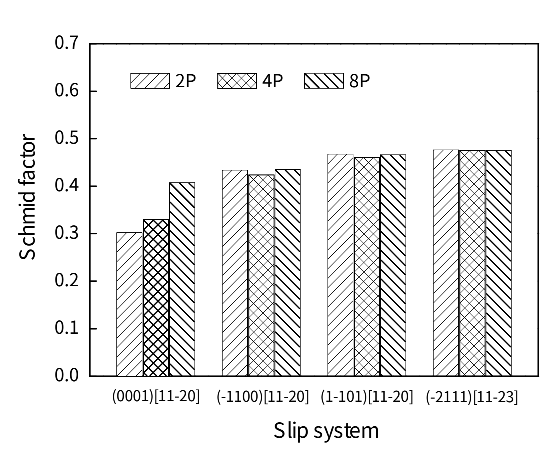


图12 350℃往复挤压后纯镁的Schmid因子

Fig.12 Schmid Factor of 350℃ CECed pure Mg

随着外加应力方向与{0001}基面的夹角由20°逐渐增加到40°时，$\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 基面滑移系的Schmid因子也逐渐增加。图12给出了纯镁在350℃往复挤压不同道次后各主要滑移系的Schmid因子值。从图中可知，随着往复挤压道次的增加，织构强度增加，$\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 基面滑移系的Schmid因子由2道次时的0.3增加到8道次时的0.41，使得基面滑移开动更加容易。由于室温时纯镁的非基面滑移很难发生，基面滑移是主要的滑移变形方式[23]，350℃往复挤压后织构对于基面滑移系的Schmid因子的影响是往复挤压8道次后强度下降，塑性显著上升的重要原因。

细晶强化和织构软化是影响镁及镁合金力学性能的两个重要因素，在往复挤压的过程中，硬化和软化可能同时存在，并处于竞争关系。当织构的软化作用占优势时，材料的强度会出现略微下降，塑性提高。而当细晶的强化作用占优势时，强塑性都会出现显著提高。

3 结　论

1. 纯镁经过350℃往复挤压2道次后，平均晶粒尺寸从2 mm×5 mm的柱状晶细化到约50 μm的等轴晶，屈服强度为60 MPa。挤压道次从2增加到8，组织进一步细化不明显，但是屈服强度略微下降，延伸率增大，挤压8道次后屈服强度降为41 MPa，延伸率从2道次的8%提高到16.7%。

2. 经350℃往复挤压后，纯镁呈现{0001}基面与挤压方向偏转20°−40°的织构分布，往复挤压2、4、8道次后，织构对应晶粒的{0001}基面与挤压方向的夹角分别约为25°、30°、40°，随着挤压道次增加，织构强度上升，基面滑移系的Schmid因子增加，滑移更易进行。织构的变化是350℃往复挤压8道次后强度下降，塑性提高的主要原因。

3. 纯镁在不同温度(250℃，350℃，450℃)下往复挤压2道次后，随着变形温度的下降组织细化，力学性能提高。450℃往复挤压2道次后平均晶粒度尺寸85 μm，屈服强度为35 MPa，而250℃往复挤压2道次后平均晶粒度尺寸降为15 μm，屈服强度为75 MPa，较450℃时提高115%。纯镁经过250℃、350℃、450℃往复挤压2道次后的屈服强度和晶粒尺寸之间满足Hall- Petch关系，可表述为 $\sigma_s = 5.4 + 338.6d^{-\frac{1}{2}}$。

参 考 文 献

1 Ming-Hung Tsai, May-Show Chen, Ling-Hung Lin, Ming-Hong Lin, Ming-Hong Lin, Ching-Zong Wu, Keng-Liang Ou, Chih-Hua Yu, Effect of heat treatment on the microstructures and damping properties of biomedical Mg–Zr alloy, Journal of Alloys and Compounds, **509**, 813(2011)

2 Y. Estrin, A. Vinogradov, Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science, Acta Materialia, **61**(3), 782(2013)

3 Jinbao Lin, Qudong Wang, Liming Peng, Hans J. Roven, Microstructure and high tensile ductility of ZK60 magnesium alloy processed by cyclic extrusion and compression, Journal of Alloys and Compounds, **476**(1-2), 441(2009)

4 Tao Peng, Qudong Wang, Jinbao Lin, Manping Liu, Hans J. Roven, Microstructure and enhanced mechanical properties of an Mg–10Gd-2Y-0.5Zr alloy processed by cyclic extrusion and compression, Materials Science and Engineering A, **528**(3), 1143(2011)

5 Jinbao Lin, Qudong Wang, Yongjun Chen, Manping Liu, H. J. Roven, Microstructure and texture characteristics of ZK60 Mg alloy processed by cyclic extrusion and compression, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, **20**(11), 2081(2010)

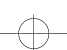
6 Y. J. Chen, Q. D. Wang, H. J. Roven, M. Karlsen, Y. D. Yu, M. P. Liu, J. Hjelen, Microstructure evolution in magnesium alloy AZ31 during cyclic extrusion compression, Journal of Alloys and Compounds, **462**(1-2), 192(2008)

7 Changpeng Wang, Huangsheng Mei, Rongqiang Li, Ling Wang, Jie Liu, Zehui Hua, Lijin Zhao, Feifei Pen, Hui Li, Microstructure evolution and grain coarsening behaviour during partial remelting of cyclic extrusion compression formed AZ61 magnesium alloy, Acta Metallurgica Sinica (English Letters), **26**(2), 149(2013)

8 WANG Qudong, LIN Jinbao, PENG Liming, CHEN Yongjun, Influence of cyclic extrusion and compression on the mechanical property of Mg Alloy AK60, Acta Metallurgica Sinica, **44**(1), 55(2008)
(王渠东, 林金保, 彭立明, 彭　涛, 陈勇军, 往复挤压变形对ZK60镁合金力学性能的影响, 金属学报, **44**(1), 55(2008))

9 A. Azushima, R. Kopp, A. Korhonen, D. Y. Yang, F. Micari, G. D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N.Tsuji, A. Rosochowki, A. Yanagida, Severe plastic deformation (SPD) processes for metals, CIRP Annals - Manufacturing Technology, **57**(2), 716(2008)

10 H. Zhou, W. Z. Xu, W. W. Jian, G. M. Cheng, X. L. Ma, W. Guo, S.



N. Mathaudhu, Q. D. Wang, Y. T. Zhu, A new metastable precipitate phase in Mg–Gd–Y–Zr alloy, Philosophical Magazine, **94**(21), 2403-2409(2014)

11 W. W. Jian, G. M. Cheng, W. Z. Xu, H. Yuan, M. H. Tsai, Q. D. Wang, C. C. Koch, Ultrastrong Mg alloy via nano-spaced stacking faults, Materials Research Letters, **12**(3), 37-41(2013)

12 W. M. Gan, M. Y. Zheng, H. Chang, X. J. Wang, X. G. Qiao, K. Wu, B.Schwebke, H. G. Brokmerier, Microstructure and tensile property of the ECAPed pure magnesium, Journal of Alloys and Compounds, **470**(1-2), 256(2009)

13 Kaveh Edalati, Akito Yamamoto, Zenji Horita, Tatsumi Ishihara, High-pressure torsion of pure magnesium: Evolution of mechanical properties, microstructures and hydrogen storage capacity with equivalent strain, Scripta Materialia, **64**(9), 880(2011)

14 Somjeet Biswas, Satyaveer Singh Dhinwal, Satyam Suwas, Room-temperature equal channel angular extrusion of pure magnesium, Acta Materialia, **58**(9), 3247(2010)

15 N. Stanford, M. R. Barnett, The origin of “rare earth” texture development in extruded Mg-based alloys and its effect on tensile ductility, Materials Science and Engineering: A, **496**(1-2), 399(2008)

16 Emley, *Principles of Magnesium Technology* (Oxford, Pergamon, 1966)p. 122

17 W. Yuan, S.K. panigrahi, J.Q. Su, R. S. Mishra, Influence of grain size and texture on Hall-Petch relationship for a magnesium alloy, Scripta Materialia, **65**(11), 994(2011)

18 R. Armstrong, I. Codd., R. M. Douthwaite, N. J. Petch, The plastic deformation of polycrystalline aggregates, Philosophical Magazine, **7**(73), 45(1962)

19 CHEN Yongjun, Microstructure and mechanical properties of magnesium alloys fabricated by cyclic extrusion compression, Doctoral Dissertation, Shanghai Jiao Tong University(2007)
(陈勇军, 往复挤压镁合金的组织结构与力学性能研究, 博士学位论文, 上海交通大学(2007))

20 LIN Jinbao, Microstructure evolution and strengthening mechanism of ZK60 and GW102K alloys fabricated by cyclic extruaion and compression, Doctoral Dissertation, Shanghai Jiao Tong University (2008)
(林金保, 往复挤压 ZK60 与 GW102K 镁合金的组织演变及强韧化机制研究, 博士学位论文, 上海交通大学(2008))

21 W. J. Kim, S. I. Hong, Y. S. Kim, S.H. Min, H. T. Jeong, Texture development and its effect on mechanical properties of an AZ61 Mg alloy fabricated by equal channel angular pressing, Acta Materialia, **51**(11), 3293(2003)

22 CHEN Zhenghua, *Magnesium Wrought Alloys*, First edition (Beijing, Chemical Industry Press, 2005) p.89-91
(陈振华, 变形镁合金, 第一版, (北京, 化学工业出版社, 2005) p.89-91)

23 Y. V. R. K. Prasad, K.P. Rao, Processing maps for hot deformation of rolled AZ31 magnesium alloy plate: Anisotropy of hot workability, Materials Science and Engineering A, **487**, 316(2008)

